

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日
Date of Application:

2002年 8月 7日

出 願 番 号
Application Number:

特願2002-230380

[ST.10/C]:

[JP 2002-230380]

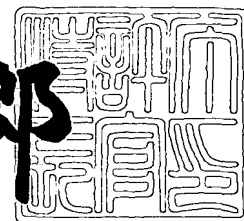
出 願 人
Applicant(s):

信越化学工業株式会社

2003年 2月21日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

太田信一郎



出証番号 出証特2003-3009565

【書類名】 特許願

【整理番号】 2002-0280

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C03B 8/04
C03B 37/018
G02B 6/00

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式
会社 精密機能材料研究所内

【氏名】 乙坂 哲也

【特許出願人】

【識別番号】 000002060

【氏名又は名称】 信越化学工業株式会社

【代理人】

【識別番号】 100093735

【弁理士】

【氏名又は名称】 荒井 鐘司

【選任した代理人】

【識別番号】 100105429

【弁理士】

【氏名又は名称】 河野 尚孝

【選任した代理人】

【識別番号】 100108143

【弁理士】

【氏名又は名称】 嶋崎 英一郎

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 172293

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0006623

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 光ファイバプリフォームとその製造方法、及びこれを線引きして得られる光ファイバ

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 光ファイバプリフォームであって、該プリフォームを線引きして得られる光ファイバを波長 1,385 nm の光が伝搬するときのモードフィールド径の 2 倍に相当する領域の内側及び外側領域において、内側領域の半径方向における粘度分布の最大値が $7.60 [\log(\text{poise})]$ となる温度を T_s とするとき、該温度 T_s における外側領域の半径方向における粘度分布の最大値 $V_o [\log(\text{poise})]$ が $7.60 [\log(\text{poise})]$ よりも大きいことを特徴とする光ファイバプリフォーム。

【請求項 2】 請求項 1 において、外側領域のクラッドが 2 層以上の多層構造からなり、該外側領域の最内側のクラッド層（以下、内側クラッド層と称する）の温度 T_s における粘度よりも、内側クラッド層よりも外側にあるクラッド層のうち、少なくとも一つの温度 T_s における粘度が高い層（以下、高粘度クラッド層と称する）を有することを特徴とする光ファイバプリフォーム。

【請求項 3】 請求項 2 において、内側クラッド層に合成石英ガラスを用い、高粘度クラッド層に結晶型シリカを含む石英ガラスを用いたことを特徴とする光ファイバプリフォーム。

【請求項 4】 請求項 3 において、高粘度クラッド層の結晶型シリカを含む石英ガラスが、天然石英又は結晶化合成石英ガラスであることを特徴とする光ファイバプリフォーム。

【請求項 5】 請求項 2 又は 3 において、内側クラッド層に、塩素、ゲルマニウム、フッ素、リンのうち、少なくとも 1 種類のドーパントを含有させることによって、純粋な合成石英ガラスよりも粘度を低下させた合成石英ガラスを用い、高粘度クラッド層には、ドーパントを含まないか、もしくはドーパント量を低減させて内側クラッド層よりも粘度が高くなるようにした合成石英ガラスを用いたことを特徴とする光ファイバプリフォーム。

【請求項 6】 請求項 1 において、粘度分布の最大値 V_o が、 $V_o > 7.90 [\log(\text{poise})]$ であることを特徴とする光ファイバプリフォーム。

【請求項 7】 請求項 2 乃至 6 のいずれかにおいて、クラッドが内側クラッド層及び高粘度クラッド層の 2 層からなることを特徴とする光ファイバプリフォーム。

【請求項 8】 請求項 1 乃至 7 のいずれかにおいて、クラッドの最も外側に、温度 T_s における粘度が V_o 未満であるクラッド層（以下、外側低粘度クラッド層と称する）を有することを特徴とする光ファイバプリフォーム。

【請求項 9】 請求項 1 乃至 8 のいずれかにおいて、光ファイバプリフォーム表面の温度 T_s における粘度が、 V_o よりも小さいことを特徴とする光ファイバプリフォーム。

【請求項 10】 請求項 1 乃至 9 のいずれかにおいて、少なくともコア及び内側クラッド層を含む部分が、VAD法、OVD法、MCVD法、PCVD法を用いて、又はそれらを適宜組み合わせて作られたものであることを特徴とする光ファイバプリフォーム。

【請求項 11】 請求項 1 乃至 10 のいずれかに記載の光ファイバプリフォームを製造するに際し、少なくともコア及び内側クラッド層からなるロッドの外周に、少なくとも高粘度クラッド層を含む管を被せ、該管を加熱・収縮することにより該ロッドと該管を一体化することを特徴とする光ファイバプリフォームの製造方法。

【請求項 12】 請求項 1 乃至 10 のいずれかに記載の光ファイバプリフォームを製造するに際し、少なくともコア及び内側クラッド層からなるロッドの外周に、高粘度クラッド層を構成するガラス粒子を堆積させながら加熱し、該ロッドと該ガラス粒子を一体化させることを特徴とする光ファイバプリフォームの製造方法。

【請求項 13】 請求項 12 において、該加熱にプラズマ火炎を用いることを特徴とする光ファイバプリフォームの製造方法。

【請求項 14】 請求項 1 乃至 10 のいずれかに記載の光ファイバプリフォームを製造するに際し、少なくともコア及び内側クラッド層からなるロッドの外周に、珪素を含有するガラス原料の火炎加水分解で生成したガラス微粒子を堆積して多孔質プリフォームを形成し、該多孔質プリフォームを脱水ガス含有雰囲気中

において、900～1,200℃の温度範囲で脱水処理した後に、1,400～1,600℃でガラス化して高粘度クラッド層を形成することを特徴とする光ファイバプリフォームの製造方法。

【請求項15】 請求項14において、脱水ガスが塩素ガスである光ファイバプリフォームの製造方法。

【請求項16】 請求項1乃至10のいずれかに記載の光ファイバプリフォームを製造するに際し、少なくともコア、内側クラッド層及び高粘度クラッド層からなるロッドの外周に、少なくとも外側低粘度クラッド層を含む管を被せ、該管を加熱・収縮することにより該ロッドと該管を一体化することを特徴とする光ファイバプリフォームの製造方法。

【請求項17】 請求項1乃至10のいずれかに記載の光ファイバプリフォームを製造するに際し、少なくともコア、内側クラッド層及び高粘度クラッド層からなるロッドの外周に、珪素を含有するガラス原料を火炎加水分解することによって生成したガラス微粒子を堆積して外側低粘度クラッド層を形成することを特徴とする光ファイバプリフォームの製造方法。

【請求項18】 請求項1乃至10のいずれかに記載の光ファイバプリフォームを製造するに際し、少なくともコア及び内側クラッド層からなるロッドの外周に、少なくとも高粘度クラッド層を含む管を被せ、該管を加熱・収縮することにより該ロッドと該管を一体化すると同時に、珪素を含有するガラス原料を火炎加水分解することによって生成したガラス微粒子を堆積して外側低粘度クラッド層を形成することを特徴とする光ファイバプリフォームの製造方法。

【請求項19】 請求項1乃至10のいずれかに記載の光ファイバプリフォームを製造するに際し、少なくともコア及び内側クラッド層からなるロッドの外周に、少なくとも高粘度クラッド層及び外側低粘度クラッド層を含む管を被せ、該管を加熱・収縮することにより該ロッドと該管を一体化することを特徴とする光ファイバプリフォームの製造方法。

【請求項20】 請求項1乃至10のいずれかに記載の光ファイバプリフォームを加熱・線引きして製造したものであることを特徴とする光ファイバ。

【請求項21】 請求項20において、波長1,385 nmにおける伝送損失が、0.

35 dB/km以下、好ましくは0.30 dB/km以下であることを特徴とする光ファイバ。

【請求項 2 2】 請求項 2 0 又は 2 1 において、該光ファイバを 1 %の水素雰囲気中に 4 日間以上放置したときの波長1,385 nmにおける伝送損失が、0.35 dB/km以下であることを特徴とする光ファイバ。

【請求項 2 3】 請求項 2 0 乃至 2 2 のいずれかにおいて、該光ファイバを 1 %の水素雰囲気中に 4 日間以上放置したときの波長1,385 nmにおける伝送損失が、水素処理前の波長1,385 nmにおける伝送損失と比較して、実質的に変化しないことを特徴とする光ファイバ。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

本発明は、波長1,385 nmにおける光の伝送損失が小さく、水素雰囲気に曝されても、OH基による伝送損失の上昇が小さい光ファイバプリフォームとその製造方法、及びこれを線引きして得られる光ファイバに関する。

【0 0 0 2】

【従来の技術】

図 1 に、一般のシングルモードファイバの伝送損失と波長との関係を示す。光ファイバを用いた通信には、安価な半導体レーザを使用することができることから、主に波長1,300 nm又は1,550 nm付近の光が利用されている。しかし、最近の波長多重(WDM)通信の技術の進歩に伴って、伝送容量を増加するために、波長1,300 nmから1,600 nmに亘る広い波長帯域を利用する必要が生じた。

【0 0 0 3】

【発明が解決しようとする課題】

しかし、図 1 に示すように、一般の光ファイバの伝送損失は、波長1,385 nm付近において急激に増加する。伝送損失が増加すると、光信号を長距離伝送するために、光を中継して増幅又は再生する中継局を増設しなければならず、通信システム全体のコストが増加する。

従って、波長1,385 nm付近における伝送損失の急激な増加を減少させる必要が生じた。

【 0 0 0 4 】

なお、図 1 において、波長 1,385 nm 付近における伝送損失のピーク値と、破線で示した伝送損失がなだらかに減少した場合の伝送損失の値との差を、以下、OH ピークと称する。例えば、図 1 における OH ピークの値は、約 0.06 dB/km である。波長 1,385 nm 付近における伝送損失の急激な増加、すなわち OH ピークは、光ファイバに含まれる OH 基が振動し、該波長の光を吸収することによって生じる。光ファイバに含まれる OH 基を減少するためには、光ファイバの母材であるプリフォームに含まれる OH 基を減少させる必要がある。

【 0 0 0 5 】

さらに、線引き直後の光ファイバの OH ピークが十分に小さくても、何らかの原因で、光ファイバが水素雰囲気曝されると、水素が光ファイバ中に拡散して行き、光ファイバを構成するガラス中に存在する欠陥と反応し、OH 基を生じて OH ピークが増大する可能性がある。

【 0 0 0 6 】

図 2 において、破線は、実線で示した OH ピークが十分に小さい光ファイバを 1 % 水素雰囲気中に 4 日間曝した後に測定した伝送損失スペクトルで、波長 1,385 nm 付近の OH ピークがおよそ 0.1 dB/km 上昇している。波長 1,240 nm 付近のピークは光ファイバ中に拡散した水素によるものであり、光ファイバを大気雰囲気にしばらく置いて、水素が抜ければこのピークは消失するが、波長 1,385 nm 付近での OH ピークの上昇は不可逆であり、小さくなることはない。このため、OH ピークの上昇の原因となる、光ファイバ中の欠陥を十分に低減する必要がある。

【 0 0 0 7 】

本発明は、水素雰囲気曝されても波長 1,385 nm 付近での OH ピークの上昇を抑制する光ファイバの製造に適した光ファイバプリフォーム（以下、単にプリフォームと称する）とその製造方法、及びこれを線引きして得られる光ファイバを提供することを目的としている。

【 0 0 0 8 】

【課題を解決するための手段】

本発明のプリフォームは、該プリフォームを線引きして得られる光ファイバを

波長1,385 nmの光が伝搬するときのモードフィールド径の2倍に相当する領域の内側及び外側領域において、内側領域の半径方向における粘度分布の最大値が7.60 [log(poise)]となる温度をTsとするとき、該温度Tsにおける外側領域の半径方向における粘度分布の最大値Vo[log(poise)]が7.60 [log(poise)]よりも大きいことを特徴としている。このとき、粘度分布の最大値VoはVo>7.90 [log(poise)]とするのが好ましい。

【0009】

本発明のプリフォームは、外側領域のクラッドが2層以上の多層構造からなり、該外側領域の最内側の内側クラッド層の温度Tsにおける粘度よりも、内側クラッド層よりも外側にあるクラッド層のうち、少なくとも一つの温度Tsにおける粘度が高い高粘度クラッド層を有している。なお、クラッドの最も外側には、温度Tsにおける粘度がVo未満である外側低粘度クラッド層を設けるのが好ましい。また、プリフォーム表面の温度Tsにおける粘度は、Voよりも小さくするのがよい。

【0010】

なお、外側領域のクラッドは、内側クラッド層と高粘度クラッド層の2層で構成してもよい。

内側クラッド層に合成石英ガラスを用い、高粘度クラッド層には結晶型シリカを含む石英ガラス、例えば、天然石英又は結晶化合成石英ガラスを用いることができる。

【0011】

さらに、本発明のプリフォームは、内側クラッド層に、塩素、ゲルマニウム、フッ素、リンのうち、少なくとも1種類のドーパントを含有させることによって、純粋な合成石英ガラスよりも粘度を低下させた合成石英ガラスを用い、高粘度クラッド層には、ドーパントを含まないか、もしくはドーパント量を低減させて内側クラッド層よりも粘度が高くなるようにした合成石英ガラスを用いることができる。なお、少なくともコア及び内側クラッド層を含む部分は、VAD法、OVD法、MCVD法、PCVD法を用いて、又はそれらを適宜組み合わせで作ればよい。

【0012】

本発明のプリフォームの製造方法は、少なくともコア及び内側クラッド層からなるロッドの外周に、少なくとも高粘度クラッド層を含む管を被せ、該管を加熱・収縮することにより、もしくは高粘度クラッド層を構成するガラス粒子を堆積させながら加熱することにより、該ロッドと該管を一体化することを特徴としている。なお、この加熱にはプラズマ火炎を用いるのが好ましい。

【0013】

また、少なくともコア及び内側クラッド層からなるロッドの外周に、珪素を含有するガラス原料の火炎加水分解で生成したガラス微粒子を堆積して多孔質プリフォームを形成し、該多孔質プリフォームを脱水ガス含有雰囲気中において、90～1,200℃の温度範囲で脱水処理した後に、1,400～1,600℃でガラス化して高粘度クラッド層を形成することにより、プリフォームを製造することもできる。脱水ガスには、塩素ガスが使用される。

【0014】

さらに、本発明のプリフォームの製造方法は、少なくともコア、内側クラッド層及び高粘度クラッド層からなるロッドの外周に、少なくとも外側低粘度クラッド層を含む管を被せ、該管を加熱・収縮させて該ロッドと該管を一体化するものである。あるいは、該ロッドの外周に、珪素を含有するガラス原料を火炎加水分解することによって生成したガラス微粒子を堆積して外側低粘度クラッド層を形成することで、製造することもできる。

【0015】

さらに、少なくともコア及び内側クラッド層からなるロッドの外周に、少なくとも高粘度クラッド層を含む管を被せ、該管を加熱・収縮することにより該ロッドと該管を一体化すると同時に、珪素を含有するガラス原料を火炎加水分解することによって生成したガラス微粒子を堆積して外側低粘度クラッド層を形成する、製造方法を採用することもできる。また、少なくともコア及び内側クラッド層からなるロッドの外周に、少なくとも高粘度クラッド層及び外側低粘度クラッド層を含む管を被せ、該管を加熱・収縮することにより該ロッドと該管を一体化してもよい。

【 0 0 1 6 】

本発明の光ファイバは、上記プリフォームを加熱・線引きして得られ、波長1,385 nmにおける伝送損失は、0.35 dB/km以下、好ましくは0.30 dB/km以下である。

また、該光ファイバを1%の水素雰囲気中に4日間以上放置したときの波長1,385 nmにおける伝送損失は、0.35 dB/km以下であり、水素処理前の波長1,385 nmにおける伝送損失と比較しても実質的に変化していない。

【 0 0 1 7 】

【発明の実施の形態】

本発明のプリフォームは、その軟化温度付近における半径方向の粘度分布を制御することによって、プリフォームから線引きされた光ファイバが水素雰囲気に曝されても、波長1,385 nmの伝送損失（OHピーク）が上昇しにくくなるようにしたものである。

光ファイバが水素雰囲気に曝されると、水素が光ファイバ中に拡散し、光ファイバを構成するガラス中に存在する欠陥と反応し、OH基を生じてOHピークが増大する。

【 0 0 1 8 】

このような欠陥は、全てが初めからプリフォーム中に存在するわけではなく、温度が2,000℃前後にも達し、加えて、急激な形状の変化を伴う線引き工程において数多く発生する。従来のプリフォームを線引きした場合、線引き工程の条件によって、OHピークの水素感受性は大きく変化する。

【 0 0 1 9 】

これに対して本発明のプリフォームは、線引きして得られる光ファイバを波長1,385 nmの光が伝搬するときのモードフィールド径の2倍に相当する領域の内側及び外側領域において、内側領域の半径方向における粘度分布の最大値が7.60 [log(poise)]となる温度Tsを定義し、該温度Tsにおける外側領域の半径方向における粘度分布の最大値Vo [log(poise)] が7.60 [log(poise)] よりも大きくなるようにしたものである。

【 0 0 2 0 】

これにより、本発明のプリフォームを線引きして得られる光ファイバは、その線引き条件に左右されずに、水素雰囲気に曝されたときのOHピークの上昇が著しく抑制されるという、優れた特徴を有している。

この温度Tsは、コアに通常用いられているGeをドープした石英ガラスベースのシングルモードファイバの場合で、1,600℃前後となる。

【0021】

このようにして製造したプリフォームを線引きした場合、内側領域に比べて外側領域の粘度が相対的に高いため、外側領域で受ける線引き応力よりも、内側領域で受ける線引き応力の方が小さくなっているため、内側領域での欠陥生成は抑制される。反対に、外側領域では多数の欠陥が生成するが、伝搬する光の大部分は内側領域を通過するため、水素が光ファイバ中に拡散しても、OHピークの上昇は殆ど認められない。

【0022】

通常、コアにGeをドープした石英ガラスベースのシングルモードファイバの場合、粘度調整を意図して、ドーパントをクラッドにドープしない限り、クラッドの粘度の方がコアの粘度よりも高くなり、かつ、実質的に半径方向で一定の組成となるのが普通であり、上述したような粘度分布にはならない。

【0023】

本発明は、外側領域のクラッドを2層以上とし、該領域の最内層である内側クラッド層の粘度を低く、残るクラッド層のうち、少なくとも一つの層の粘度を高くした高粘度クラッド層を設けることにより、上述の粘度分布を実現したものである。なお、通常は、低粘度の内側クラッド層と高粘度クラッド層の2層構造とすればよいが、高粘度クラッド層の粘度と厚さによっては、後述するように、3層構造とする方がよい場合もある。

【0024】

モードフィールド径の2倍に相当する領域の内側の領域において、この半径方向における粘度分布の最大値が7.60 [log(poise)] となる温度Tsのときの、内側領域より外側の領域での半径方向における粘度分布の最大値V_oは、好ましくは7.90 [log(poise)] 以上とすると、本発明の効果が十分に発揮される。

【 0 0 2 5 】

なお、クラッドを内側クラッド層と高粘度クラッド層からなる 2 層構造とし、内側クラッド層の直径をプリフォーム外径の 80 % 未満とした場合、 $V_o=7.90$ 程度であれば、OH ピークの上昇はほぼ 0.03 dB/km 以内におさまる。

内側クラッド層の外径は、水素による OH ピーク上昇を抑制するには小さい方がよいが、高粘度クラッド層に用いるガラスが、天然石英ガラスなどの伝送損失を著しく上昇させる可能性が高い材質の場合、十分に大きくしないと(概ねモードフィールド径の 6 倍以上)、初期損失が大きくなることがある。

【 0 0 2 6 】

V_o の上限は、例えば、内側に合成石英ガラス、外側に天然石英ガラスという構成でプリフォームを製造した場合、概ね 9.0 程度となるが、これは内側領域のガラスに大量のドーパントを入れた場合には、より大きくすることができ、ドーパントを導入したことによる損失の増加等の弊害はその組成に大きく依存するため、一概に定義することはできない。

【 0 0 2 7 】

また、最外層を高粘度クラッド層とした場合、その粘度と厚さにもよるが、光ファイバ表面の残留応力が引張り応力になり、光ファイバの強度が低下するという問題を生じる場合がある。例えば、 V_o を高くし、高粘度クラッド層の厚さを薄くした場合には、OH ピークの上昇及び初期損失の上昇抑制に有利であるが、光ファイバ表面の残留引張り応力が特に大きくなり、線引きや巻き返し中、あるいはプルーフテスト中の光ファイバ破断につながる場合もある。

【 0 0 2 8 】

このような、光ファイバ表面の残留引張り応力を低減するためには、高粘度クラッド層より外側に、これより低粘度の外側低粘度クラッド層を附加することで、表面の残留引張り応力を低減、もしくは圧縮応力へ変化させることができ、光ファイバの強度を向上させることができる。外側低粘度クラッド層の、温度 T_s における粘度が、内側クラッド層の粘度と同程度の 7.60 [log(poise)] であれば、十分な光ファイバ強度の向上効果を奏する。

【 0 0 2 9 】

内側クラッド層を構成するガラスの材質と、高粘度クラッド層を構成するガラスの材質を変えることで、プリフォームの半径方向に粘度分布を設けることができる。

一般的な光ファイバ用のプリフォームに用いられる合成石英ガラスは、四塩化珪素などのガラス原料ガスを酸化、あるいは火炎加水分解して製造され、ほぼ完全なアモルファス構造を有している。これに対し、天然に産出する石英を加熱・溶融して製造される天然石英ガラスは、石英に由来するクリストバライト型螺旋体や、それが転位した石英型螺旋体の微細結晶がアモルファス構造中に多数存在している。この微細結晶がガラスの流動を抑制するため、天然石英ガラスは合成石英ガラスに比べて粘度が高い。

【0030】

合成石英ガラス中に微結晶を析出させた結晶化石英ガラスは、通常の合成石英ガラスよりも高い粘度を示す。また、合成石英ガラスに種々のドーパントを導入して、その粘度を容易に低下させることができる。一般的にドーパントを導入すると、紫外線吸収又は赤外線吸収などにより伝送損失が増加するが、塩素、ゲルマニウム、フッ素及びリンなどのドーパントは、通常の光ファイバ通信に使用される1,300～1,600 nmの波長領域では、それ程大きな損失増加を引き起こさないもので、これらを用いるのが好ましい。

これらのうち、粘度の異なるガラスを用いて内側を低粘度、外側を高粘度とすることにより、光ファイバ中の光が伝搬する部分での欠陥の発生を抑制し、ひいては、光ファイバが水素雰囲気に曝されたときのOHピークの上昇は、著しく抑制される。

【0031】

コア部及びその周辺のクラッド部分の製造には、公知のVAD法、OVD法、MCVD法、PCVD法、あるいはそれらを組み合わせた方法を採用することができる。内側クラッド層は、(1)伝送損失に対する影響が大きいため純度が要求されること、(2)粘度が低い方がよいことから、合成石英ガラス又は粘度を下げるドーパントをドーブした合成石英ガラスを用いるのが好ましく、内側領域のクラッド部分の延長とすることができる。

【 0 0 3 2 】

コア部及び内側クラッド層を含むロッドの外側に、粘度の高い高粘度クラッド層を付与する第1の方法としては、高粘度クラッド層を含む管の中に該ロッドを配し、外部から加熱して管を収縮させ、ロッドと一体化する方法が挙げられる。このための加熱源としては、酸水素火炎、電気炉、プラズマトーチ等を用いることができる。

【 0 0 3 3 】

この第2の方法としては、上記ロッドの外周上に、高粘度クラッド層を構成するガラス粒子を散布して堆積させながら加熱し、ロッドとガラス粒子を一体化する方法が挙げられる。このための加熱源としては、プラズマトーチがよい。

【 0 0 3 4 】

高粘度クラッド層を付与する第3の方法としては、OVD法、即ち、上記ロッドの外周に、珪素を含有するガラス原料を火炎加水分解することによって生成したガラス微粒子を堆積して多孔質プリフォームを形成し、この多孔質プリフォームを塩素等の脱水ガス含有雰囲気中で、温度900～1,200℃の範囲で脱水処理した後に、1,400～1,600℃の温度雰囲気中でガラス化することで、高粘度クラッド層を設ける方法が挙げられる。この場合、高粘度クラッド層が合成石英ガラスとなるため、内側クラッド層には、粘度を下げるドーパントを導入しておく必要がある。

【 0 0 3 5 】

また、高粘度クラッド層の外側に、外側低粘度クラッド層を付与する第1の方法としては、高粘度クラッド層を含むロッドの外周に、少なくとも外側低粘度クラッド層を含む管を被せ、加熱・収縮させることにより、ロッドと管を一体化する方法が挙げられる。

高粘度クラッド層の外側に、外側低粘度クラッド層を付与する第2の方法としては、高粘度クラッド層を含むロッドの外周に、珪素を含有するガラス原料を火炎加水分解させて生成したガラス微粒子を、堆積させる方法が挙げられる。

【 0 0 3 6 】

また、内側クラッド層の外側に、高粘度クラッド層及び外側低粘度クラッド層

を付与する第1の方法としては、少なくともコアと内側クラッド層からなるロッドの外周に、少なくとも高粘度クラッド層を含む管を被せた後、加熱・収縮させてロッドと管を一体化すると同時に、これに珪素を含有するガラス原料を火炎加水分解させて生成したガラス微粒子を堆積させて外側低粘度クラッド層を付与する方法が挙げられる。

さらに、内側クラッド層の外側に、高粘度クラッド層及び外側低粘度クラッド層を付与する第2の方法としては、少なくともコアと内側クラッド層からなるロッドの外周に、少なくとも高粘度クラッド層と外側低粘度クラッド層を含む管を被せ、この管を加熱・収縮させて、ロッドと管を一体化する方法が挙げられる。

【0037】

【実施例】

（実施例1）

図3に示したような、内側領域のコア周辺部のクラッドを、外側領域の内側クラッド層と同じ組成のガラスで形成し、外側領域を内側クラッド層と高粘度クラッド層の2層構造としたプリフォームを線引き速度800 m/min、線引き張力1.4Nにて線引きし、光ファイバ外径125 μm 、比屈折率差=0.34 %、波長1,385 nmでのモードフィールド径が10 μm のステップインデックス型シングルモードファイバを製造した。

内側クラッド層の外径は光ファイバ径換算で100 μm 、高粘度クラッド層の厚さは光ファイバ換算で12.5 μm とし、温度Tsにおける高粘度クラッド層の粘度Voは7.9 [log(poise)]とした。この光ファイバを1 %水素雰囲気中に4日間曝したときのOHピーク上昇量を測定したところ、0.030 dB/kmと小さかった。

なお、図3乃至5は、プリフォームの比屈折率差と温度Tsでの半径方向の粘度分布を示すグラフであり、上段は比屈折率差と構造との関係を示し、下段は粘度と光ファイバ相当半径との関係を示している。

【0038】

（実施例2）

図3に示したような、内側領域のコア周辺部のクラッドを、外側領域の内側クラッド層と同じ組成のガラスで形成し、外側領域を内側クラッド層と高粘度クラ

ッド層の2層構造としたプリフォームを線引き速度800 m/min、線引き張力1.4Nで線引きし、光ファイバ外径125 μm 、比屈折率差=0.34 %、波長1,385 nmでのモードフィールド径が10 μm のステップインデックス型シングルモードファイバを製造した。

内側クラッド層の外径は光ファイバ径換算で90 μm 、高粘度クラッド層の厚さは光ファイバ換算で17.5 μm とし、温度Tsにおける高粘度クラッド層の粘度Voは7.9 [log(poise)]とした。この光ファイバを1 %水素雰囲気中に4日間曝したときのOHピーク上昇量を測定したところ、0.014 dB/kmと小さかった。

【0039】

(実施例3)

図3に示したような、内側領域のコア周辺部のクラッドを、外側領域の内側クラッド層と同じ組成のガラスで形成し、外側領域を内側クラッド層と高粘度クラッド層の2層構造としたプリフォームを線引き速度800 m/min、線引き張力1.4Nで線引きし、光ファイバ外径125 μm 、比屈折率差=0.34 %、波長1,385 nmでのモードフィールド径が10 μm のステップインデックス型シングルモードファイバを製造した。

内側クラッド層の外径は光ファイバ径換算で80 μm 、高粘度クラッド層の厚さは光ファイバ換算で22.5 μm とし、温度Tsにおける高粘度クラッド層の粘度Voは、7.9 [log(poise)]とした。この光ファイバを1 %水素雰囲気中に4日間曝したときのOHピーク上昇量を測定したところ、ピークの上昇は全く認められなかった。

【0040】

(実施例4)

図3に示したような、内側領域のコア周辺部のクラッドを、外側領域の内側クラッド層と同じ組成のガラスで形成し、外側領域を内側クラッド層と高粘度クラッド層の2層構造としたプリフォームを線引き速度800 m/min、線引き張力1.4Nで線引きし、光ファイバ外径125 μm 、比屈折率差=0.34 %、波長1,385 nmでのモードフィールド径が10 μm のステップインデックス型シングルモードファイバを製造した。

内側クラッド層の外径は光ファイバ径換算で $35\mu\text{m}$ 、高粘度クラッド層の厚さは光ファイバ換算で $45\mu\text{m}$ とし、温度 T_s における高粘度クラッド層の粘度 V_o は $7.9 [\log [\text{poise}]]$ とした。この光ファイバを1%水素雰囲気中に4日間曝したときのOHピーク上昇量を測定したところ、ピークの上昇は全く認められなかった。

【0041】

(実施例5)

図3に示したような、内側領域のコア周辺部のクラッドを、外側領域の内側クラッド層と同じ組成のガラスで形成し、外側領域を内側クラッド層と高粘度クラッド層の2層構造としたプリフォームを線引き速度 800 m/min 、線引き張力 1.4N で線引きし、光ファイバ外径 $125\mu\text{m}$ 、比屈折率差 $=0.34\%$ 、波長 $1,385\text{ nm}$ でのモードフィールド径が $10\mu\text{m}$ のステップインデックス型シングルモードファイバを製造した。

内側クラッド層の外径は光ファイバ径換算で $80\mu\text{m}$ 、高粘度クラッド層の厚さは光ファイバ換算で $22.5\mu\text{m}$ とし、温度 T_s における高粘度クラッド層の粘度 V_o は $8.5 [\log [\text{poise}]]$ とした。この光ファイバを1%水素雰囲気中に4日間曝したときのOHピーク上昇量を測定したところ、ピークの上昇は全く認められなかった。

【0042】

(比較例1)

図4に示したような、コア周辺部のクラッドと同じ材質でクラッド全体を形成した通常のプリフォームを、線引き速度 800 m/min 、線引き張力 1.4N にて線引きし、光ファイバ外径 $125\mu\text{m}$ 、比屈折率差 $=0.34\%$ 、波長 $1,385\text{ nm}$ でのモードフィールド径が $10\mu\text{m}$ のステップインデックス型シングルモードファイバを製造した。

この光ファイバを1%水素雰囲気中に4日間曝したときのOHピークの上昇量を測定したところ、 0.105 dB/km のピーク上昇が認められた。

【0043】

(実施例6)

図3に示したような、内側領域のコア周辺部のクラッドを、外側領域の内側ク

ラッド層と同じ組成のガラスで形成し、外側領域を内側クラッド層と高粘度クラッド層の2層構造としたプリフォームを線引き速度500 m/min、線引き張力1.4Nで線引きし、光ファイバ外径125 μ m、比屈折率差=0.34 %、波長1,385 nmでのモードフィールド径が10 μ mのステップインデックス型シングルモードファイバを製造した。

内側クラッド層の外径は光ファイバ径換算で100 μ m、高粘度クラッド層の厚さは光ファイバ換算で12.5 μ mとし、温度Tsにおける高粘度クラッド層の粘度Voは7.9 [log [poise]]とした。この光ファイバを1 %水素雰囲気中に4日間曝したときのOHピーク上昇量を測定したところ、ピークの上昇は0.011 dB/kmと小さかった。

【0044】

(比較例2)

図4に示したような、コア周辺部のクラッドと同じ材質でクラッド全体を形成した通常の光ファイバプリフォームを、線引き速度500 m/min、線引き張力1.4Nにて線引きし、光ファイバ外径125 μ m、比屈折率差=0.34 %、波長1,385 nmでのモードフィールド径が10 μ mのステップインデックス型シングルモードファイバを製造した。

この光ファイバを1 %水素雰囲気中に4日間曝したときのOHピーク上昇量を測定したところ、0.060 dB/kmのピーク上昇が認められた。

【0045】

(実施例7)

図3に示したような、内側領域のコア周辺部のクラッドを、外側領域の内側クラッド層と同じ組成のガラスで形成し、外側領域を内側クラッド層と高粘度クラッド層の2層構造としたプリフォームを線引き速度150 m/min、線引き張力1.4Nで線引きし、光ファイバ外径125 μ m、比屈折率差=0.34 %、波長1,385 nmでのモードフィールド径が10 μ mのステップインデックス型シングルモードファイバを製造した。

内側クラッド層の外径は光ファイバ径換算で100 μ m、高粘度クラッド層の厚さは光ファイバ換算で12.5 μ mとし、温度Tsにおける高粘度クラッド層の粘度Vo

は7.9 [log [poise]]とした。この光ファイバを1%水素雰囲気中に4日間曝したときのOHピーク上昇量を測定したところ、ピークの上昇は全く認められなかった。

【0046】

(比較例3)

図4に示したような、コア周辺部のクラッドと同じ材質でクラッド全体を形成した通常の光ファイバプリフォームを、線引き速度150 m/min、線引き張力1.4Nにて線引きし、光ファイバ外径125 μm 、比屈折率差=0.34 %、波長1,385 nmでのモードフィールド径が10 μm のステップインデックス型シングルモードファイバを製造した。

この光ファイバを1%水素雰囲気中に4日間曝したときのOHピーク上昇量を測定したところ、0.042 dB/kmのピーク上昇が認められた。

【0047】

(実施例8)

図5に示したような、内側領域のコア周辺部のクラッドを、外側領域の内側クラッド層と同じ組成のガラスで形成し、外側領域を内側クラッド層、高粘度クラッド層及び外側低粘度クラッド層の3層構造としたプリフォームを線引き速度80 m/min、線引き張力1.4Nで線引きし、光ファイバ外径125 μm 、比屈折率差=0.34 %、波長1,385 nmでのモードフィールド径が10 μm のステップインデックス型シングルモードファイバを製造した。

内側クラッド層の外径は光ファイバ径換算で105 μm 、高粘度クラッド層の厚さは光ファイバ換算で7 μm 、外側低粘度クラッド層の厚さは光ファイバ換算で3 μm とした。温度Tsにおける高粘度クラッド層の粘度Voは8.5 [log [poise]]、温度Tsにおける外側低粘度クラッド層の粘度Vtは7.6 [log [poise]]とした。この光ファイバの1%プルーフテストを行ったが、光ファイバの断線は無かった。さらに、この光ファイバを1%水素雰囲気中に4日間曝したときのOHピーク上昇量を測定したところ、ピークの上昇は全く認められなかった。

なお、本実施例において、高粘度クラッド層の厚さを光ファイバ換算で7 μm としたにも拘わらず、断線が無かったのは、クラッドの最外側に外側低粘度クラ

ッド層を設けたことによるものである。

【0048】

(比較例4)

図3に示したような、内側領域のコア周辺部のクラッドを、外側領域の内側クラッド層と同じ組成のガラスで形成し、外側領域を内側クラッド層と高粘度クラッド層の2層構造としたプリフォームを線引き速度800 m/min、線引き張力1.4Nで線引きし、光ファイバ外径125 μ m、比屈折率差=0.34 %、波長1,385 nmでのモードフィールド径が10 μ mのステップインデックス型シングルモードファイバを製造した。

内側クラッド層の外径は光ファイバ径換算で111 μ m、高粘度クラッド層の厚さは光ファイバ換算で7 μ mとし、温度Tsにおける高粘度クラッド層の粘度Voは8.5 [log[poise]]とした。この光ファイバの巻き返しを行ったところ、光ファイバは断線し、残存光ファイバ内部でも多数の折損箇所がみられた。断線の理由としては、クラッドの最外側に外側低粘度クラッド層を設けなかったことによるものと考えられる。

なお、上記実施例1～8、比較例1～4の結果を下記の表1にまとめて示した。

【0049】

【表1】

	Vo log(poise)	内側 クラッド径 μ m	高粘度 クラッド厚さ μ m	外側低粘度 クラッド厚さ μ m	線引き 張力 N	線引き 速度 m/min	OHピーク 上昇 dB/km
実施例1	7.9	100	12.5	0	1.4	800	0.030
実施例2	7.9	90	17.5	0	1.4	800	0.014
実施例3	7.9	80	22.5	0	1.4	800	上昇せず
実施例4	7.9	35	45	0	1.4	800	上昇せず
実施例5	8.5	80	22.5	0	1.4	800	上昇せず
比較例1	7.6	125	0	0	1.4	800	0.105
実施例6	7.9	100	12.5	0	1.4	500	0.011
比較例2	7.6	125	0	0	1.4	500	0.060
実施例7	7.9	100	12.5	0	1.4	150	上昇せず
比較例3	7.6	125	0	0	1.4	150	0.042
実施例8	8.5	105	7	3	1.4	800	上昇せず
比較例4	8.5	111	7	0	1.4	800	(破断)

【0050】

【発明の効果】

本発明のプリフォームを線引きして得られる光ファイバは、水素雰囲気中に曝した場合でも、線引き条件に拘わらず、波長1,385 nm付近でのOH吸収ピークの上昇が殆ど起こらない。

【図面の簡単な説明】

【図1】 一般のシングルモードファイバの伝送損失と波長との関係を示すグラフである。

【図2】 光ファイバを水素雰囲気中に曝したときの、伝送損失と波長との関係を示すグラフである。

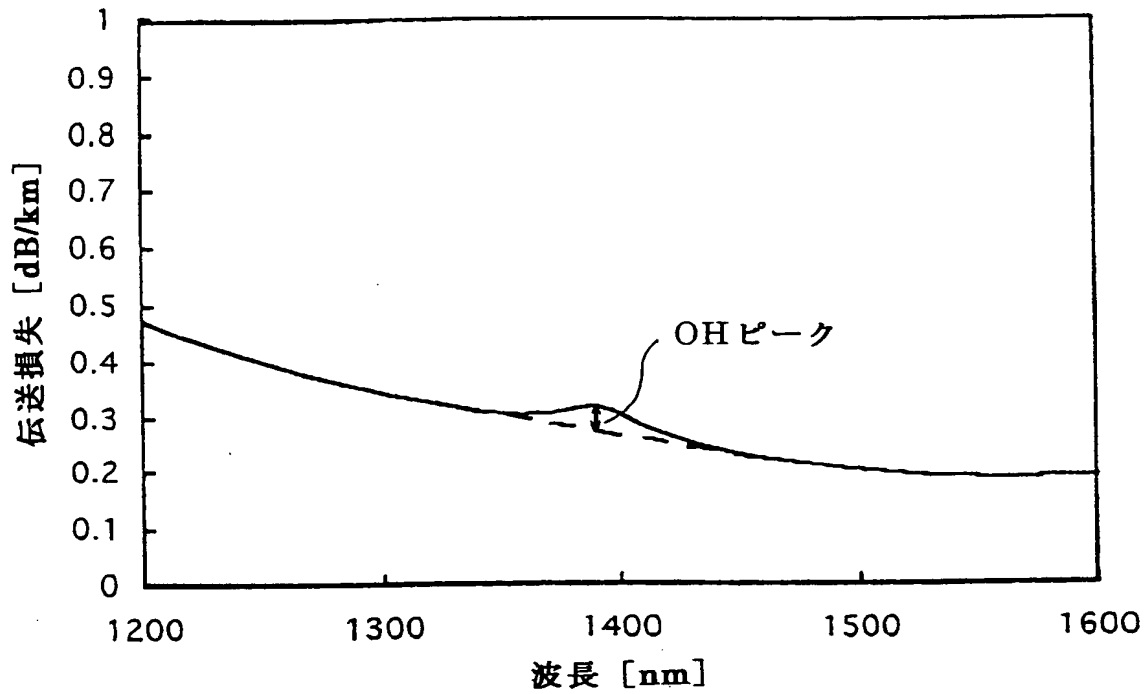
【図3】 本発明の実施例1～7及び比較例4の、プリフォームの比屈折率差と温度Tsでの半径方向の粘度分布を示すグラフである。

【図4】 比較例1～3としてのプリフォームの、比屈折率差と温度Tsでの半径方向の粘度分布を示すグラフである。

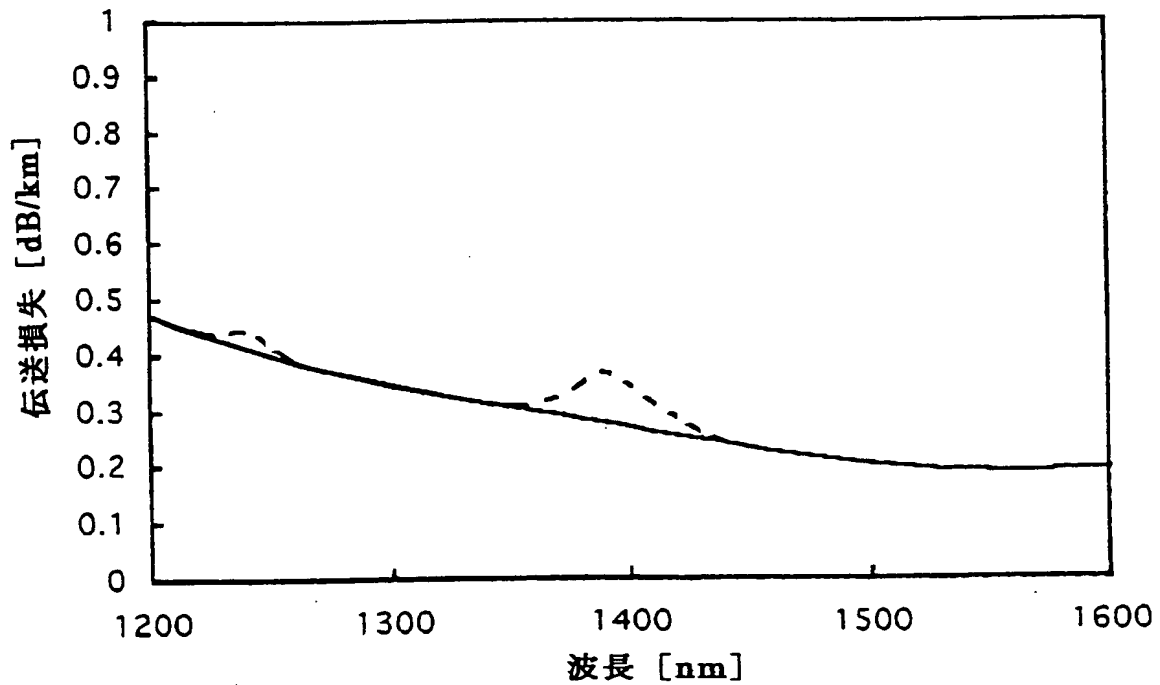
【図5】 本発明の実施例8としての、プリフォームの比屈折率差と温度Tsでの半径方向の粘度分布を示すグラフである。

【書類名】 図面

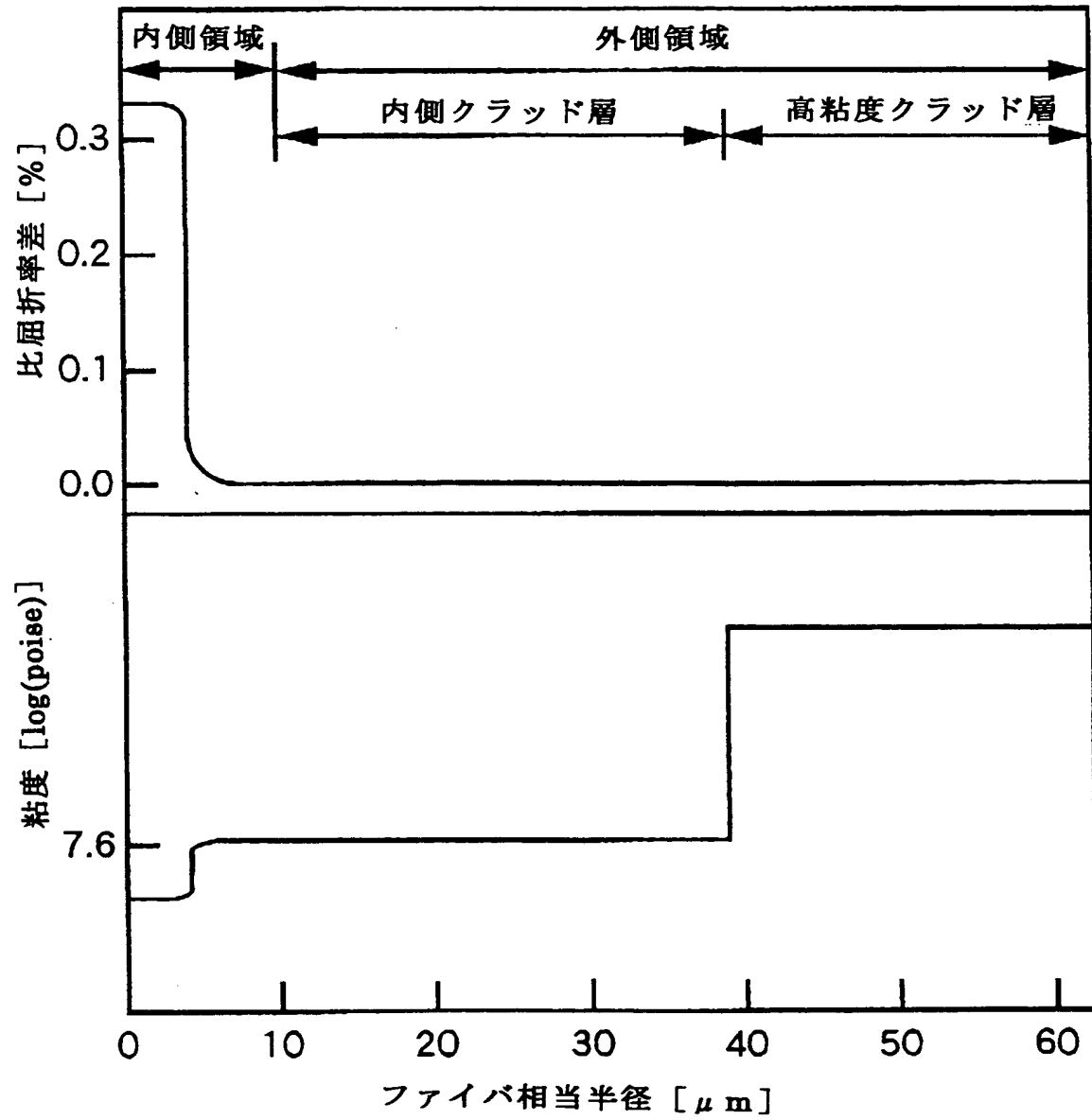
【図 1】



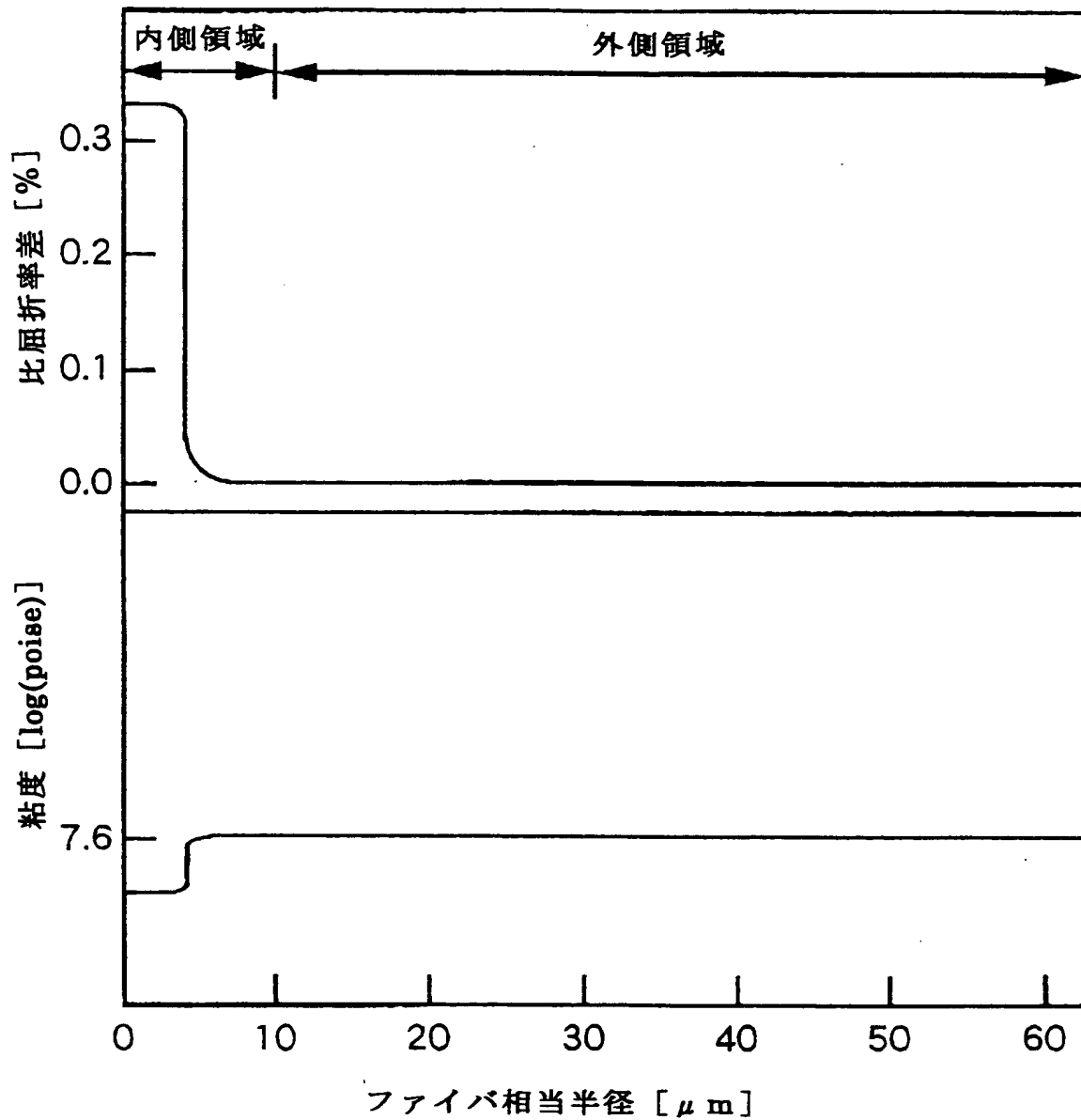
【図 2】



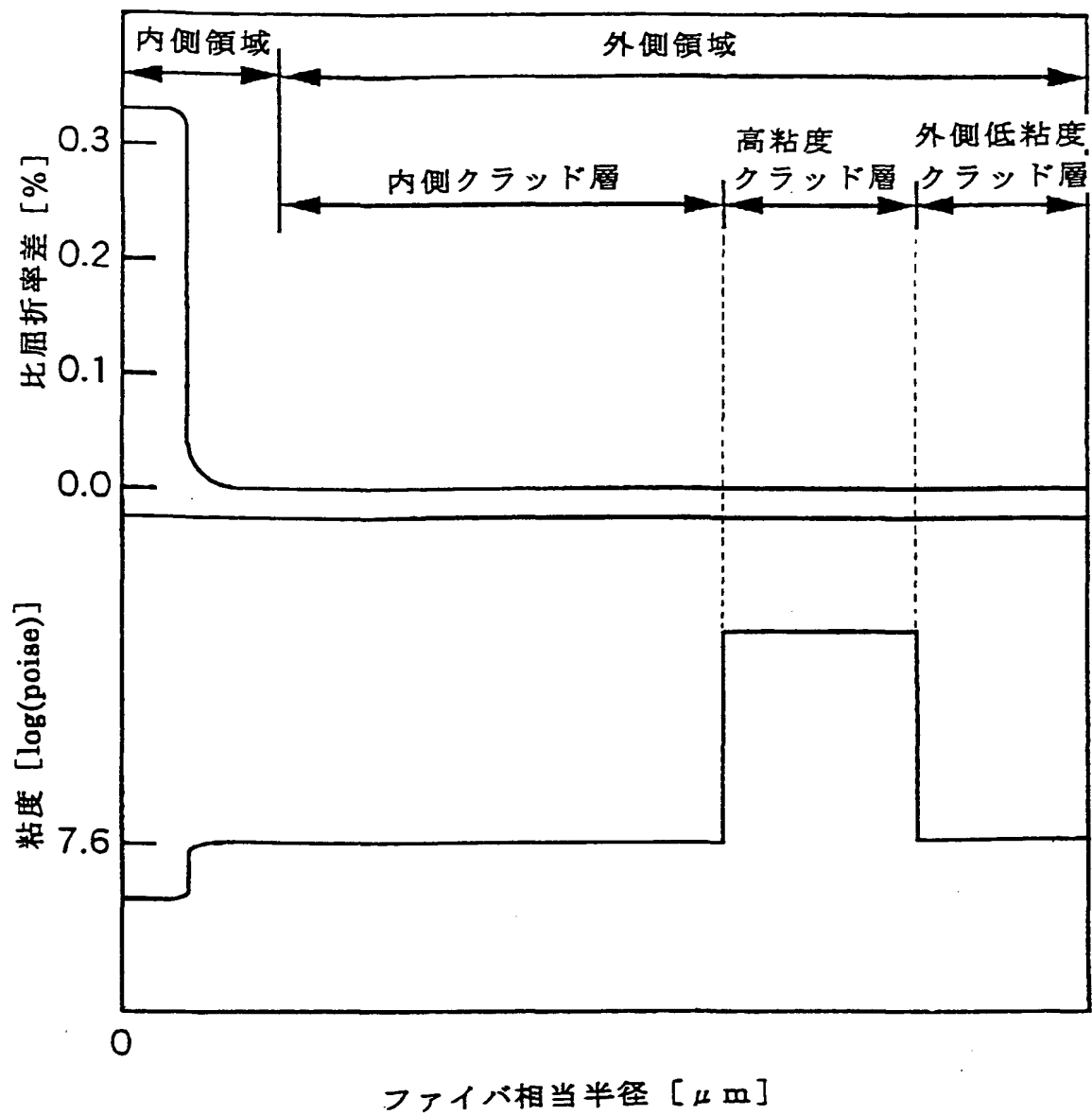
【図 3】



【図 4】



【図 5】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 水素雰囲気にも曝されても波長1,385 nm付近でのOHピークの上昇を抑制する光ファイバの製造に適した光ファイバプリフォームとその製造方法、及びこれを線引きして得られる光ファイバを提供する。

【解決手段】 光ファイバプリフォームであって、該プリフォームを線引きして得られる光ファイバを波長1,385 nmの光が伝搬するときのモードフィールド径の2倍に相当する領域の内側及び外側領域において、内側領域の半径方向における粘度分布の最大値が7.60 [log(poise)]となる温度をTsとすると、該温度Tsにおける外側領域の半径方向における粘度分布の最大値Vo[log(poise)]が7.60 [log(poise)]よりも大きいことを特徴としている。

【選択図】 図3

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2002-230380
受付番号	50201175128
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0094
作成日	平成14年 8月 8日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成14年 8月 7日
-------	-------------

【書類名】 手続補正書

【提出日】 平成14年 8月29日

【あて先】 特許庁長官 殿

【事件の表示】

【出願番号】 特願2002-230380

【補正をする者】

【識別番号】 000002060

【氏名又は名称】 信越化学工業株式会社

【代理人】

【識別番号】 100093735

【弁理士】

【氏名又は名称】 荒井 鐘司

【電話番号】 03-3270-0858

【手続補正 1】

【補正対象書類名】 特許願

【補正対象項目名】 発明者

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部2丁目13番1号
信越化学工業株式会社 精密機能材料研究所内

【氏名】 乙坂 哲也

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部2丁目13番1号
信越化学工業株式会社 精密機能材料研究所内

【氏名】 井上 大

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部2丁目13番1号
信越化学工業株式会社 精密機能材料研究所内

【氏名】 小山田 浩

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部 2 丁目 1 3 番 1 号

信越化学工業株式会社 精密機能材料研究所内

【氏名】 阿部 淳

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部 2 丁目 1 3 番 1 号

信越化学工業株式会社 精密機能材料研究所内

【氏名】 平沢 秀夫

【その他】 本件特許出願に際し、願書に記載の発明者を本来 5 名記載すべきところ、第 2 番目の発明者「井上 大」、第 3 番目の発明者「小山田 浩」、第 4 番目の発明者「阿部 淳」、第 5 番目の発明者「平沢 秀夫」の氏名を欠落したまま出願致しました。よって、今般この補正を行うものであります。宣誓書については、同日付けで提出する手続補足書により添付致します。

【ブルーフの要否】 要

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000002060]

1. 変更年月日 1990年 8月22日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都千代田区大手町二丁目6番1号

氏 名 信越化学工業株式会社